

Aminas secundárias obtidas por metodologia *one pot*

Andressa Esteves-Souza (PQ)*, Carlos Mauricio R. Sant'Anna (PQ), Aurea Echevarria (PQ)

andressaesteves@ufrj.br

Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ

Palavras Chave: Aminas, Método seco *one pot*, Química verde

Introdução

A síntese de aminas tem sido relatada como de fundamental importância para o desenvolvimento de novos fármacos visto que, várias substâncias com atividades biológicas apresentam esta função orgânica em sua estrutura.¹ Além disso, aminas são eficientes intermediários na síntese de diversos compostos como uréias e tiouréias.²

Assim, diante do nosso interesse na síntese de novas uréias e tiouréias, realizamos um estudo da melhor metodologia para a obtenção de aminas secundárias que poderão utilizadas como intermediários químicos.

Resultados e Discussão

As aminas secundárias **4a-h** foram obtidas a partir 3 metodologias diferentes (Figura).

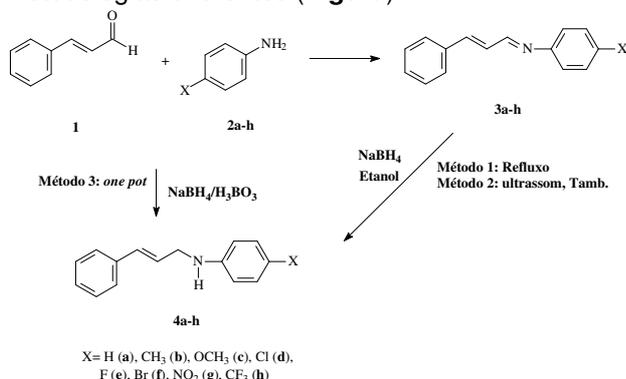


Figura. Esquema de síntese das aminas **4a-h**

Metodologia 1: Reação tradicional utilizando refluxo, quantidades equimolares das iminas (**3a-h**), previamente sintetizadas, e o agente redutor NaBH₄ por um período que variou de 8 a 10h. Após o término da reação adicionou-se água e os produtos foram extraídos com CHCl₃ (3x10mL). A solução clorofórmica foi seca com NaSO₄ anidro, filtrada e concentrada à vácuo.

Metodologia 2: Os reagentes acima, em proporções similares, foram misturados em gel de sílica e submetidos a irradiação de ultrassom por 20min. O isolamento dos produtos foi realizado conforme a metodologia 1.

Metodologia 3:³ Quantidades equimolares de **1** e **2a-h** foram misturadas vigorosamente por 5-15min em cadinho. À mistura resultante adicionou-se NaBH₄:H₃BO₃ (1:1) macerados previamente. A mistura resultante foi macerada por 30min. Em

seguida, lavou-se a mistura reacional com uma solução saturada de NaHCO₃ (10mL) e extraiu-se com CH₃Cl (3x10mL). A solução clorofórmica foi seca, filtrada e concentrada à vácuo. As aminas obtidas na forma sólida foram recristalizadas em etanol e, as líquidas, purificadas em coluna filtrante utilizando CHCl₃ como eluente. A Tabela a seguir mostra os rendimentos obtidos nas 3 metodologias.

Tabela. Rendimentos e pontos de fusão obtidos para as aminas **4a-h**

X	Rendimento (%)			PF (°C)
	Met 1	Met 2	Met 3	
H	25	45	90	líquida
4-CH ₃	30	87	95	30
4-OCH ₃	45	85	97	72
Cl	29	79	98	99
Br	19	89	92	83
F	25	37	91	líquida
CF ₃	54	65	99	102
NO ₂	37	67	89	138

O método **1** mostrou ser o menos eficiente devido aos baixos rendimentos, altos tempos de reação além de levar a produtos mais impuros com possível contaminação da amina totalmente reduzida. O método **2** apresentou eficiência maior que o método **1**, com maiores rendimentos em menores tempos de reação. No entanto, o método **3** mostrou ser o mais eficiente na obtenção dos produtos devido aos altos rendimentos num tempo relativamente pequeno, e do fácil isolamento dos produtos. Além disso, a escolha da mistura redutora mostrou ser regioselectiva já que não houve indícios de redução da dupla ligação entre os carbonos da cadeia alquílica.

Conclusões

O método **3** mostrou ser o mais simples e eficiente, pois levou às aminas secundárias em melhores rendimentos, além de se enquadrar nos princípios da *Química verde*.

Agradecimentos

UFRRJ, PRODOC/CAPES, CNPQ, FAPERJ

¹Ghose A. K.; Viswanadhan V. N.; Wendoloski J. J. *Comb. Chem.* **1999**, *1*, 55-68. ²Esteves-Souza, A et al. *Bioog. Med. Chem* **2006**, *14*, 492-499. ³Cho, B.T.; Kang, S.K. *Tetrahedron* **2005**, *61*, 5725-5734.